

①9



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

①1 CH 666 199 A5

⑤1 Int. Cl.<sup>4</sup>: B 01 J 10/00  
B 01 D 11/04  
F 28 D 9/00  
F 28 C 1/06

# Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

## ①2 PATENTSCHRIFT A5

②1 Gesuchsnummer: 288/86

⑦3 Inhaber:  
Gebrüder Sulzer Aktiengesellschaft, Winterthur

②2 Anmeldungsdatum: 24.01.1986

②4 Patent erteilt: 15.07.1988

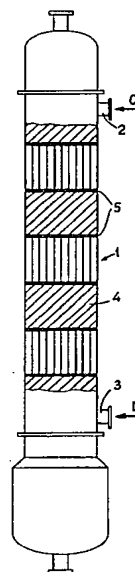
④5 Patentschrift  
veröffentlicht: 15.07.1988

⑦2 Erfinder:  
Streiff, Felix, Winterthur  
Mathys, Peter, Neuhausen am Rheinfall

### ⑤4 Kolonne für Stoff- und/oder Wärmeaustausch und für die Durchführung chemischer Reaktionen im Gleich- oder Gegenstrom.

⑤7 Der Extraktionskolonne (1) wird eine kontinuierliche Phase C und eine disperse Phase D im Gegenstrom zugeführt. Zwischen den Packungskörpern (4) der Kolonne (1) sind gelochte Zwischenplatten (5) angeordnet.

Hierdurch werden Rückmischungseffekte wesentlich reduziert und es wird eine erhöhte Trennleistung der Kolonne (1) erreicht.



### PATENTANSPRÜCHE

1. Kolonne für Stoff- und/oder Wärmeaustausch und für die Durchführung chemischer Reaktionen im Gleich- oder Gegenstrom, welche ein Mantelrohr aufweist, in dem mindestens zwei Packungsschichten angeordnet sind, wobei die Packungsschichten aus Lagen bestehen, welche aus Leitflächen gebildet sind, derart, dass gegen die Mantelrohrachse geneigte Strömungskanäle entstehen, wobei die Strömungskanäle von benachbarten Lagen sich kreuzen, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen den Packungsschichten den Kolonnenquerschnitt überdeckende Zwischenplatten mit mindestens einer Durchtrittsöffnung eingelegt sind.

2. Kolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass über der Zwischenplatte verteilt eine Anzahl von Durchtrittsöffnungen angeordnet ist.

3. Kolonne nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchtrittsöffnungen einen Durchmesser von 5 bis 15 mm aufweisen.

4. Kolonne nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchtrittsöffnungen gleichen Querschnitt aufweisen.

5. Kolonne nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchtrittsöffnungen unterschiedliche Querschnitte aufweisen.

6. Kolonne nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchtrittsöffnungen als kreisförmige Löcher, Schlitz, Quadrate oder Dreiecke ausgebildet sind.

7. Kolonne nach Anspruch 1 und 3, dadurch gekennzeichnet, dass der von den gesamten Durchtrittsöffnungen gebildete freie Querschnitt 40 bis 60% des Plattenquerschnittes beträgt.

8. Kolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Zwischenplatten in ihrem Randbereich aufgebogene Klappen oder Kragen zur Abdichtung mit der Mantelrohrwand aufweisen.

9. Kolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass im Randbereich der Zwischenplatten ein Dichtring zur Abdichtung mit der Mantelrohrwand eingelegt ist.

### BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft eine Kolonne für Stoff- und/oder Wärmeaustausch und für die Durchführung chemischer Reaktionen im Gleich- oder Gegenstrom gemäss Oberbegriff von Patentanspruch 1.

Derartige Kolonnen mit Packungskörpern mit geordneter Struktur sind beispielsweise aus den schweizerischen Patentschriften 398 503, 627 263, 578 370, der EP-PS 70 917 und der DE-PS 2 522 106 bekannt.

Weiterhin sind Kolonnen mit derartigen Packungskörpern auch in dem Artikel «Flüssig-Flüssig-Extraktion in Kolonnen mit regelmässigen Füllkörperpackungen» von R. Bilet und J. Mackowiak in der Zeitschrift «Verfahrenstechnik» 15 (1981) auf Seite 898 bis 904 beschrieben.

Packungskörper mit geordneter Struktur zeichnen sich durch einen besonders geringen Strömungswiderstand und einen hohen Leervolumenanteil aus.

Bei Mehrphasenströmung können sich deshalb besonders in Extraktionskolonnen und Gas-Flüssig/Blasenkolonnen leicht grossräumige Zirkulationsströmungen einstellen, welche zu einer axialen Vermischung der Phasen und dadurch zu einem verschlechterten Stoff- bzw. Wärmeaustausch führen. Es sei darauf hingewiesen, dass solche Zirkulationsströmungen bei grösseren Kolonnendurchmessern vermehrt auftreten und schwer beherrschbar sind. Ausserdem durchströmt die disperse Phase die Packungskörper re-

lativ unbehindert und wird ungenügend dispergiert. Der Hold-up (Volumenanteil) an disperser Phase ist relativ gering. Das hat eine kleinere Stoffaustauschfläche zur Folge, da sich weniger und grössere Tropfen ausbilden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei Prozessen, wie sie die Erfindung betreffen, den Stoff- bzw. Wärmeaustausch gegenüber den bekannten Ausführungen von Kolonnen zu verbessern ohne die Belastung erheblich zu reduzieren, unabhängig von der Grösse der Kolonnen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss mit den im Kennzeichen des Anspruchs 1 angegebenen Merkmalen gelöst.

Wenn auch die Erfindung die Ausbildung einer Zwischenplatte mit einer einzigen Durchtrittsöffnung umfassen soll, so besteht jedoch eine vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung darin, dass über der Zwischenplatte eine Anzahl von Durchtrittsöffnungen angeordnet sein kann. Hierbei können die Durchtrittsöffnungen z. B. kreisförmig, schlitzzartig, quadratisch oder dreieckig ausgebildet sein.

Weiterhin können die Durchtrittsöffnungen alle gleiche Querschnitte, z. B. mit einem Durchmesser von 5 bis 15 mm, aufweisen.

Es ist jedoch auch möglich, Durchtrittsöffnungen unterschiedlicher Form und Bemessung in den Zwischenplatten vorzusehen. Dieses kann insbesondere dann angewendet werden, wenn sehr unterschiedliche Durchsätze der dispersen und der kontinuierlichen Phase vorliegen. Hierbei wird die Phase mit dem kleineren Durchsatz vorzugsweise die kleineren Löcher und die Phase mit dem grösseren Durchsatz vorzugsweise die grösseren Löcher durchströmen. Vorteilhaft liegt der Bereich des durch die Durchtrittsöffnung gebildeten freien Querschnitts in der Grössenordnung von 40 bis 60% des Plattenquerschnittes, wie experimentell nachgewiesen werden kann.

Im folgenden werden anhand der an nachstehender Stelle angeführten Tabelle sowie in einem in Fig. 1 dargestellten Diagramm überraschende Ergebnisse und Vorteile einer erfindungsgemäss ausgebildeten Kolonne gegenüber einer bekannten Kolonne mit geordneten Packungskörpern ohne Zwischenplatten bzw. gegenüber einer bekannten Siebbodenkolonne erläutert.

Hierbei sollen alle diese Extraktionskolonnen mit dem Stoffsystem Toluol/Aceton/Wasser betrieben werden.

Bei diesen Untersuchungen war Toluol die disperse Phase D, Wasser die kontinuierliche Phase C und Aceton die aus der kontinuierlichen Phase in die disperse Phase übergehende Komponente, d. h. Stoffaustauschrichtung C → D.

Während die Messwerte für eine Kolonne mit Packungskörpern ohne Zwischenplatten und für eine Siebbodenkolonne der Abbildung 3 aus dem Artikel «Leistungs- und Kostenvergleich verschiedener Apparatebauarten für die Flüssig-Flüssig-Extraktion» von J. Stichlmair in der Zeitschrift Chemie-Ingenieur-Technik, 52. Jahrgang/Heft 3/März 1980, entnommen wurden, handelt es sich bei dem in Fig. 1 angegebenen Belastungsbereich und den in der Tabelle angegebenen Grössen um experimentell ermittelte Werte.

Wie aus der Tabelle, Fig. 1 und aus der Zeitschrift «German Chemical Engineering», Edition 3, 1984, Seite 182 hervorgeht, wird bei dem genannten Stoffsystem und der Stoffaustauschrichtung C → D bei einer Kolonne mit Packungskörpern ohne Zwischenplatten (SMV) nur eine Trennleistung von ca. 0,8 bis 1,0 Trennstufe/m (HETS = 1 bis 1,25 m) bei einer maximalen Belastung von ca. 90 (m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h) erreicht.

Überraschend zeigt sich nun, dass durch den Einbau der erfindungsgemässen Zwischenplatten die Trennstufenzahl/m auf 3 bis 4 (HETS = 0,25 bis 0,3 m) ansteigt und dabei die maximale Belastung B<sub>max</sub> nur auf ca. 60 bis 70 (m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h) zurückgeht (vergl. Tabelle und Fig. 1 (SMV Z)).

Dieses Ergebnis ist gegenüber den auf den Stand der Technik beruhenden Annahmen überraschend und nicht vorhersehbar.

So sollen bei einer Siebbodenkolonne für Systeme mit hoher Grenzflächenspannung die Lochdurchmesser der Siebböden 2 mm nicht überschreiten bei einem von der Gesamtheit der Löcher gebildeten freien Querschnitt von ca. 5% des Siebbodenquerschnitts (vergl. die Zeitschrift «Chemie-Ingenieur-Technik», 57 (1985) Nr. 7, S. 567 bis 581).

Die maximale Belastung liegt bei diesen bekannten Einbauten (SE in Fig. 1) auch nur bei 30 bis 45 ( $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$ ) und die Höhe einer theoretischen Trennstufe (HETS) beträgt ebenfalls 1 bis 1,25 m (vergl. die Zeitschrift «Chemie-Ingenieur-Technik», 52 (1980), Nr. 3, Seite 253 bis 255 bzw. Fig. 1).

Eine übliche Grösse zur Charakterisierung der Leistungsfähigkeit einer Extraktionskolonne ist der Verweilzeit-Kennwert

$$\Theta_{\min} = \frac{\text{HETS}}{B_{\max}}$$

Wie sich aus dem in Fig. 1 dargestellten Diagramm herleiten lässt, beträgt  $\Theta_{\min}$  ca. 72 (s) für eine Siebbodenkolonne, ca. 40 (s) für eine Kolonne mit geordneten Packungskörpern ohne Zwischenplatten, aber nur 18 (s) für eine erfindungsgemäss ausgebildete Kolonne, wobei alle Messwerte bei einem Extraktionsfaktor  $e = 1$  gelten.

Als Folgerung der vorstehend angegebenen Messwerte ergibt sich, dass gegenüber einer bekannten Siebbodenkolonne das Volumen einer erfindungsgemäss ausgebildeten Kolonne um ca. einen Faktor 4 und gegenüber einer Kolonne mit geordneten Packungen ohne Zwischenplatten um mehr als einen Faktor 2 reduziert werden kann.

Ausserdem kann bei einer erfindungsgemäss ausgebildeten Kolonne eine Kaskadierung (Unterteilung der Kolonne in getrennte Abschnitte gemäss dem Plattenabstand bzw. der Packungsschichthöhe) erreicht werden. Hierdurch werden axiale Mischeffekte und Zirkulationsströmungen unterdrückt.

Rückmischungseffekte werden bekanntlich durch die Bodensteinzahl  $Bo$  erfasst. Werden grosse Bodensteinzahlen erzielt, so heisst das, dass nur kleine Rückmischungen vorliegen. Messungen in einer Kolonne mit einem Durchmesser von 0,8 m und einer Höhe von 5 m mit einem Stoffsystem Wasser/Luft, wobei Luft die disperse Phase ist, haben gezeigt, dass die Bodensteinzahl/m (Kolonnenlänge/ $Bo$ ) in einer Kolonne mit geordneten Packungen ohne Zwischenplatten 1,6 und in einer Kolonne mit Zwischenplatten ca. 3 beträgt.

Die bei einer erfindungsgemässen Kolonne unter den vorstehend angegebenen Bedingungen erreichte Erhöhung der Trennleistung kann dadurch erklärt werden, dass sich anscheinend eine Koaleszenzschicht der dispersen Phase in einer geordneten Packung unterhalb bzw. oberhalb einer Zwischenplatte ausbildet mit nachfolgender Redispersierung in der benachbarten Packungsschicht.

Zur Verhinderung einer unerwünschten Randgängigkeit besteht eine vorteilhafte Weiterbildung der Erfindung darin, dass die einzelnen Zwischenplatten in ihrem Randbereich gegen das Mantelrohr der Kolonne abgedichtet werden. Ausführungsformen dieser Dichtung sind in den Kennzeichen der Ansprüche 8 und 9 beschrieben.

Wenn die vorstehenden Betrachtungen und Beispiele auch insbesondere auf Extraktionskolonnen gerichtet sind, so kann die Erfindung auch auf Kolonnen Anwendung finden, in welchen z. B. Rektifikations- oder Absorptionsverfahren stattfinden. Bei diesen Verfahren stehen bekanntlich zwei kontinuierliche Phasen im Stoffaustausch. Hierbei wird der abwärtsströmende Flüssigkeitsfilm gestaut, und es

kommt zur Ausbildung lokaler Sprudelbereiche mit sehr intensivem Stoffaustausch.

Die Erfindung umfasst auch Kolonnen mit Packungsschichten, die aus Füllkörperschüttungen (z. B. Raschigringen) bestehen. Von besonderem Vorteil ist jedoch die erfindungsgemässe Anwendung auf Kolonnen, bei welchen die Packungsschichten jeweils aus mindestens einem Packungskörper mit geordneter Struktur bestehen, z. B. wie sie in den in der Einleitung angegebenen Patentschriften beschrieben und dargestellt sind. In derartigen Packungskörpern tritt im Betrieb eine ausgeprägte Quermischungskomponente auf.

Während bei Siebbodenkolonnen in den leeren Abschnitten zwischen den Siebböden sich im Betrieb eine ungleichmässige Verteilung der Phasen über den Kolonnenquerschnitt ausbilden kann, sowie eine ausgeprägte Zirkulationsströmung, wird dieses bei einer erfindungsgemässen Kolonne, die an sich aus einer Kombination der Merkmale von Kolonnen mit Packungsschichten und von Kolonnen mit Siebböden mit freien Zwischenräumen besteht, vermieden.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispielen erläutert.

Fig. 2 zeigt den Aufriss einer Extraktionskolonne mit Packungen mit geordneter Struktur und Zwischenplatten, die zwischen aufeinanderfolgenden Packungskörpern eingelegt sind.

Fig. 3 bis 5 zeigen Ausführungsbeispiele für die Ausführung von Zwischenplatten und

Fig. 6 bis 9 zeigen verschiedene Ausführungsformen von Abdichtungen der Siebböden mit dem Mantelrohr einer Kolonne.

Die in Fig. 2 schematisch dargestellte Extraktionskolonne 1 weist in ihrem oberen und in ihrem unteren Teil Zuführungsstutzen 2 und 3 für eine kontinuierliche Phase C und eine disperse Phase D auf. Im Austauschteil sind Packungskörper 4 mit einer geordneten Struktur, wie sie beispielsweise in den eingangs erwähnten Patentschriften beschrieben und dargestellt sind, angeordnet. Zwischen den Packungskörpern 4 sind erfindungsgemäss gelochte Zwischenplatten 5 angeordnet.

Fig. 3 zeigt in schematischer Darstellungsweise eine Zwischenplatte 6, die wie aus Fig. 3a im einzelnen hervorgeht, in gleichmässiger Verteilung mit Löchern gleicher Grösse 7 versehen ist.

In Fig. 4 ist eine Zwischenplatte 8 dargestellt, die mit grösseren und kleineren Löchern 9 und 10 versehen ist.

Fig. 5 zeigt eine mit einer zentralen Öffnung 11 versehene Zwischenplatte 12.

Die Fig. 6 und 6a zeigen eine oberhalb eines Packungskörpers 4 angeordnete, gelochte Zwischenplatte 13, zwischen der und dem Mantelrohr 1 einer Kolonne zur Abdichtung ein geschlitzter Ring 14 angeordnet ist. Der Ring 14 kann z. B. aus Blech, Kunststoff oder auch aus Drahtgewebe bestehen. Die geschlitzten Ringelemente 15, 16 werden zur Abdichtung klappenartig nach innen, 15 und nach aussen, 16 umgeben.

Die Fig. 7 bis 9 zeigen weitere Varianten für eine Abdichtung mit der Kolonnenwand 1. So ist zur Abdichtung in Fig. 7 die Zwischenplatte 15' in ihrem Randbereich kragenförmig aufgebogen, wobei diese Abdichtung auch als ein separates, kragenartiges Element ausgebildet sein könnte, welches mit der Zwischenplatte 15' verbunden ist.

Die Fig. 8 und 9 zeigen je zwei verschiedene Ausführungsformen einer Abdichtung.

Gemäss Fig. 8 rechts ist die Zwischenplatte 16' bis an die Mantelrohrwand 1 herangeführt, wobei ein aus einem elastischen Material bestehender Ring 17 mittels eines Elementes 18 an die Mantelrohrwand angepresst wird.

In Fig. 8 links weist die Platte 16'' in ihrem Randbereich gabelartige Ausbiegungen 18' auf, welche einen Schlauch 19 aus einem elastischen Material an die Mantelrohrwand pressen.

Fig. 9 rechts und links zeigen variante Abdichtungen, bei welchen eine Platte 20 bzw. 20' mit der Mantelrohrwand 1 mittels eines geschlitzten Schlauches oder dünnen Rohres 21 bzw. 22 abgedichtet ist.

Tabelle  
Extraktionsfaktor  $e = 1$

	nur geordnete Packungskörper $H = 5 \text{ m}$	geordnete Packungskörper und Zwischen- platten $H = 15 \text{ m}$
	C → D	C → D
$n_t (-)$	5	50
HETS (m)	1,0	0,3
$B_{\max} (\text{m}^3/\text{m}^2\text{h})$	90	60
$\Theta_{\min} (\text{s})$	40	18

$n_t$  = Anzahl theoretische Trennstufen

HETS = Höhe einer theoretischen Trennstufe

$B_{\max}$  = maximale Belastung beider Phasen zusammen.

wobei

$$B_{\max} = \frac{(S' + F')}{\frac{\pi}{4} d^2} \max$$

$S'$  = Volumenstrom Lösungsmittel  $(\frac{\text{m}^3}{\text{h}})$

$F'$  = Volumenstrom Aufnehmer  $(\frac{\text{m}^3}{\text{h}})$

$d$  = Kolonnendurchmesser (m)

$\Theta_{\min}$  = minimale Verweilzeit pro Trennstufe (s)

35

40

45

50

55

60

65

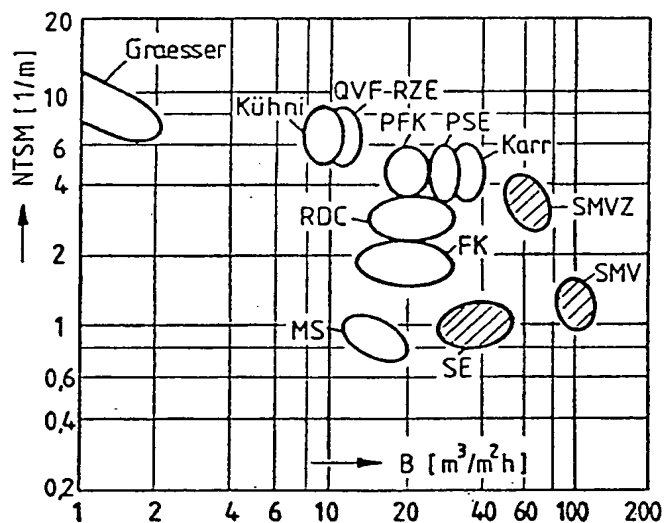
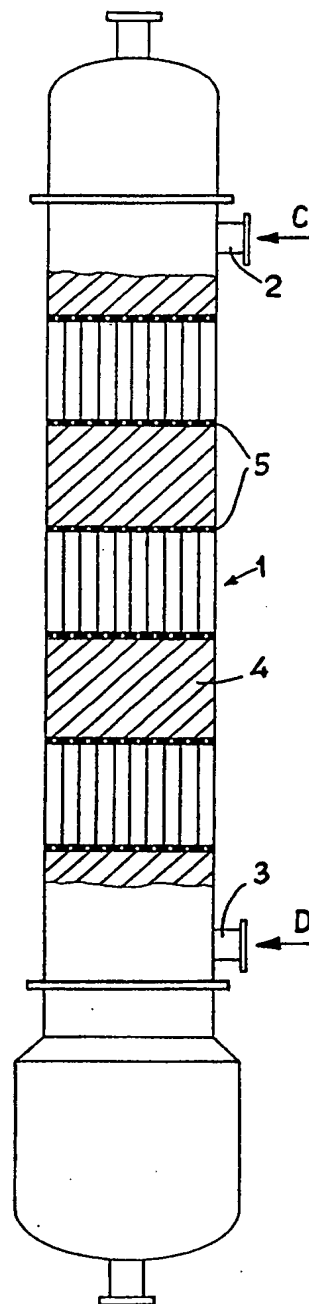


Fig. 1

NTSM	=	Theoret. Trennstufenzahl / m
B	=	Belastung ( $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$ )
SE	=	Siebbodenkolonne
SMV	=	Kolonne mit Packungskörpern
SMVZ	=	Kolonne mit Packungskörpern und Zwischenplatten

Fig. 2



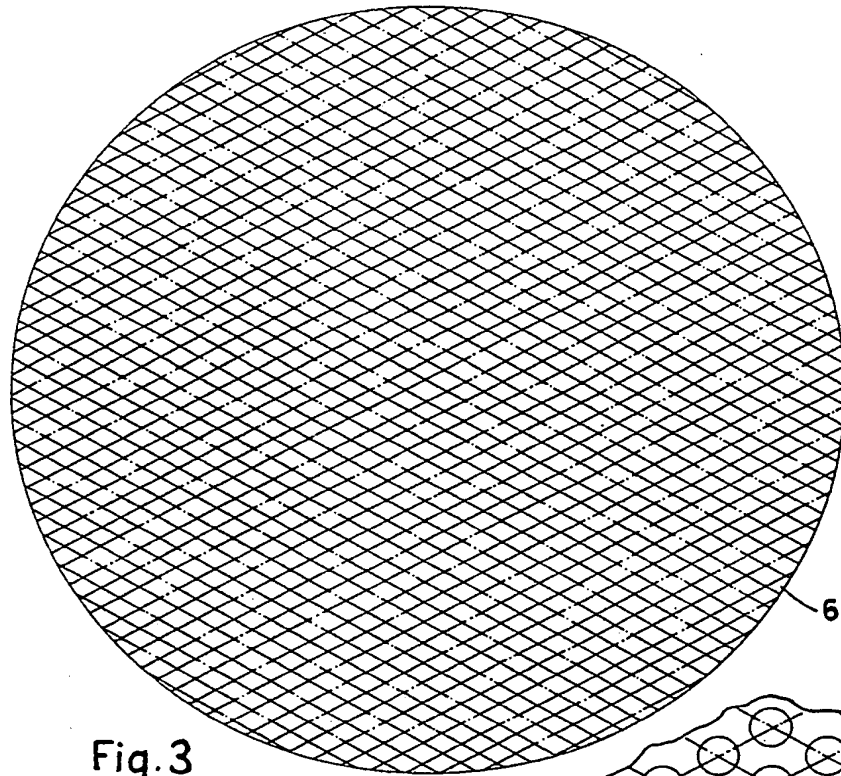


Fig. 3

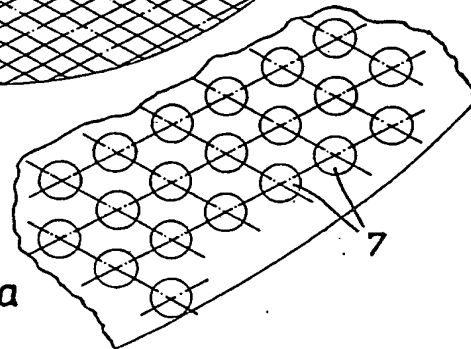


Fig. 3a

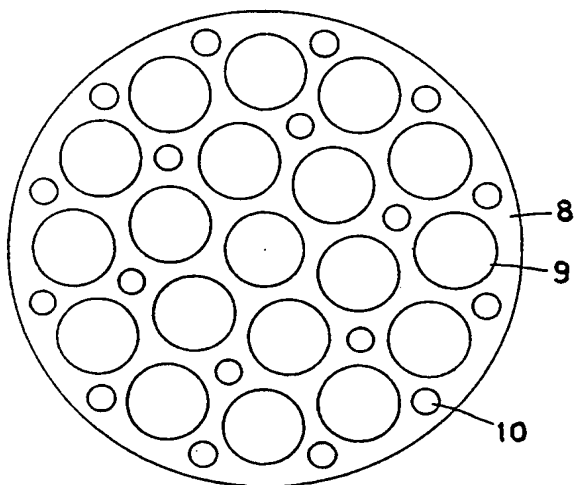


Fig. 4

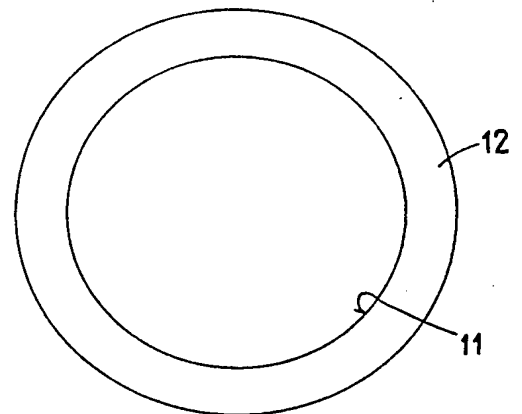


Fig. 5

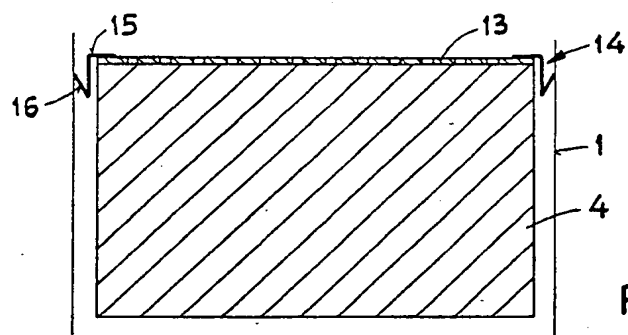


Fig. 6

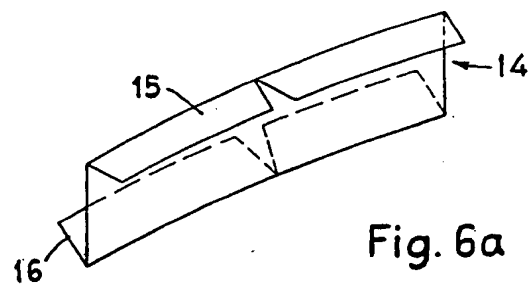


Fig. 6a

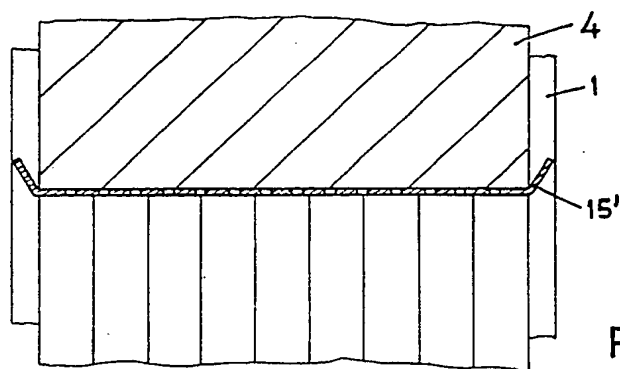


Fig. 7

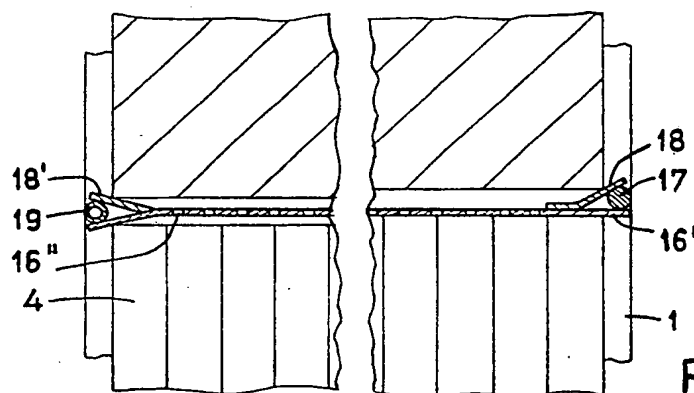


Fig. 8

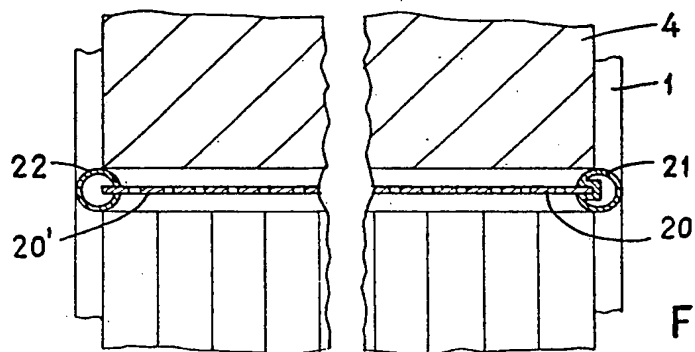


Fig. 9